



A DOCPHOENIX

BACKFILE DOCUMENT INDEX SHEET

**APPL PARTS**

\_\_\_\_\_**IMIS**\_\_\_\_\_  
Internal Misc. Paper

\_\_\_\_\_**LET.**\_\_\_\_\_  
Misc. Incoming Letter

\_\_\_\_\_**371P**\_\_\_\_\_  
PCT Papers in a 371 Application

\_\_\_\_\_**A...**\_\_\_\_\_  
Amendment Including Elections

\_\_\_\_\_**ABST**\_\_\_\_\_  
Abstract

\_\_\_\_\_**ADS**\_\_\_\_\_  
Application Data Sheet

\_\_\_\_\_**AF/D**\_\_\_\_\_  
Affidavit or Exhibit Received

\_\_\_\_\_**APPENDIX**\_\_\_\_\_  
Appendix

\_\_\_\_\_**ARTIFACT**\_\_\_\_\_  
Artifact

\_\_\_\_\_**BIB**\_\_\_\_\_  
Bib Data Sheet

\_\_\_\_\_**CLM**\_\_\_\_\_  
Claim

\_\_\_\_\_**COMPUTER**\_\_\_\_\_  
Computer Program Listing

\_\_\_\_\_**CRFL**\_\_\_\_\_  
All CRF Papers for Backfile

\_\_\_\_\_**DIST**\_\_\_\_\_  
Terminal Disclaimer Filed

\_\_\_\_\_**DRW**\_\_\_\_\_  
Drawings

\_\_\_\_\_**FOR**\_\_\_\_\_  
Foreign Reference

\_\_\_\_\_**FRPR**\_\_\_\_\_  
Foreign Priority Papers

\_\_\_\_\_**IDS**\_\_\_\_\_  
IDS Including 1449

\_\_\_\_\_**NPL**\_\_\_\_\_  
Non-Patent Literature

\_\_\_\_\_**OATH**\_\_\_\_\_  
Oath or Declaration

\_\_\_\_\_**PET.**\_\_\_\_\_  
Petition

\_\_\_\_\_**RETMAIL**\_\_\_\_\_  
Mail Returned by USPS

\_\_\_\_\_**SEQLIST**\_\_\_\_\_  
Sequence Listing

\_\_\_\_\_**SPEC**\_\_\_\_\_  
Specification

\_\_\_\_\_**SPEC NO**\_\_\_\_\_  
Specification Not in English

\_\_\_\_\_**TRNA**\_\_\_\_\_  
Transmittal New Application

\_\_\_\_\_**CTNF**\_\_\_\_\_  
Count Non-Final

\_\_\_\_\_**CTRS**\_\_\_\_\_  
Count Restriction

\_\_\_\_\_**EXIN**\_\_\_\_\_  
Examiner Interview

\_\_\_\_\_**M903**\_\_\_\_\_  
DO/EO Acceptance

\_\_\_\_\_**M905**\_\_\_\_\_  
DO/EO Missing Requirement

\_\_\_\_\_**NFDR**\_\_\_\_\_  
Formal Drawing Required

\_\_\_\_\_**NOA**\_\_\_\_\_  
Notice of Allowance

\_\_\_\_\_**PETDEC**\_\_\_\_\_  
Petition Decision

**OUTGOING**

\_\_\_\_\_**CTMS**\_\_\_\_\_  
Misc. Office Action

\_\_\_\_\_**1449**\_\_\_\_\_  
Signed 1449

\_\_\_\_\_**892**\_\_\_\_\_  
892

\_\_\_\_\_**ABN**\_\_\_\_\_  
Abandonment

\_\_\_\_\_**APDEC**\_\_\_\_\_  
Board of Appeals Decision

\_\_\_\_\_**APEA**\_\_\_\_\_  
Examiner Answer

\_\_\_\_\_**CTAV**\_\_\_\_\_  
Count Advisory Action

\_\_\_\_\_**CTEQ**\_\_\_\_\_  
Count Ex parte Quayle

\_\_\_\_\_**CTFR**\_\_\_\_\_  
Count Final Rejection

**INCOMING**

\_\_\_\_\_**AP.B**\_\_\_\_\_  
Appeal Brief

\_\_\_\_\_**C.AD**\_\_\_\_\_  
Change of Address

\_\_\_\_\_**N/AP**\_\_\_\_\_  
Notice of Appeal

\_\_\_\_\_**PA..**\_\_\_\_\_  
Change in Power of Attorney

\_\_\_\_\_**REM**\_\_\_\_\_  
Applicant Remarks in Amendment

\_\_\_\_\_**XT/**\_\_\_\_\_  
Extension of Time filed separate

**Internal**

\_\_\_\_\_**SRNT**\_\_\_\_\_  
Examiner Search Notes

\_\_\_\_\_**CLMPTO**\_\_\_\_\_  
PTO Prepared Complete Claim Set

\_\_\_\_\_**ECBOX**\_\_\_\_\_  
Evidence Copy Box Identification

\_\_\_\_\_**WCLM**\_\_\_\_\_  
Claim Worksheet

\_\_\_\_\_**WFEE**\_\_\_\_\_  
Fee Worksheet

**File Wrapper**

\_\_\_\_\_**FWCLM**\_\_\_\_\_  
File Wrapper Claim

\_\_\_\_\_**IIFW**\_\_\_\_\_  
File Wrapper Issue Information

\_\_\_\_\_**SRFW**\_\_\_\_\_  
File Wrapper Search Info



日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2001年 6月 5日

出願番号

Application Number:

特願2001-170199

出願人

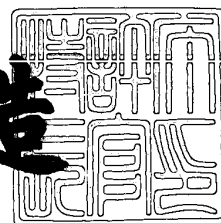
Applicant(s):

戸田工業株式会社

2001年 8月24日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3074892

【書類名】 特許願  
【整理番号】 F1116  
【あて先】 特許庁長官殿  
【発明者】

【住所又は居所】 広島県大竹市明治新開 1 番 4 戸田工業株式会社大竹創造センター内

【氏名】 林 一之

【発明者】

【住所又は居所】 広島県大竹市明治新開 1 番 4 戸田工業株式会社大竹創造センター内

【氏名】 岩崎 敬介

【発明者】

【住所又は居所】 広島県大竹市明治新開 1 番 4 戸田工業株式会社大竹創造センター内

【氏名】 森井 弘子

【特許出願人】

【識別番号】 000166443

【氏名又は名称】 戸田工業株式会社

【代表者】 戸田 俊行

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 001029

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【物件名】 図面 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 インクジェット用インクの着色材及びインクジェット用インク

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 体質顔料の粒子表面が糊剤によって被覆されていると共に該被覆に有機顔料が均一な付着層を形成している平均粒子径 0. 0 0 1 ~ 0. 1 5  $\mu$  m の複合粒子粉末からなることを特徴とするインクジェット用インクの着色材。

【請求項 2】 体質顔料の粒子表面が有機ケイ素化合物及びカップリング剤から選ばれる一種又は二種以上の糊剤によって被覆されていると共に該被覆に有機顔料が均一な付着層を形成している平均粒子径 0. 0 0 1 ~ 0. 1 5  $\mu$  m の複合粒子粉末からなることを特徴とするインクジェット用インクの着色材。

【請求項 3】 請求項 1 又は請求項 2 記載の複合粒子粉末の粒子表面が界面活性剤及び／又は高分子分散剤で被覆されていることを特徴とするインクジェット用インクの着色材。

【請求項 4】 請求項 1 乃至請求項 3 のいずれかに記載の有機顔料の付着量が体質顔料 1 0 0 重量部に対して 1 ~ 5 0 0 重量部であることを特徴とするインクジェット用インクの着色材。

【請求項 5】 請求項 1 乃至請求項 4 のいずれかに記載のインクジェット用インクの着色材を含有するインクジェット用インク。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【産業上の利用分野】

本発明は、着色力が高く、鮮明な色相を有すると共に、微粒子でありながら、分散性及び耐光性に優れたインクジェット用インクの着色材及び分散安定性と耐光性に優れると共に、インクジェット記録装置のヘッド部分への目詰まりを改善したインクジェット用インクを提供する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

近年、パソコンを始めとする各種 O A 機器は、業務用、家庭用を問わず急速に

普及しつつあり、その記録装置の一つであるインクジェットプリンターもまた、最近の価格低下と品質の向上から、広く普及しつつある。

【0003】

インクジェットプリンターを実用化する上で重要なことは、信頼性及び汎用性を向上させることであり、そのために、インクジェット用インクには、ヘッド部分の目詰まりを起こさないこと、インクの分散安定性に優れていること、印刷画像の濃度が高く、耐水性及び耐光性に優れていること等が要求されている。

【0004】

従来、インクジェット用インクの着色材としては、ヘッド部分の目詰まり、インクの分散安定性、彩度及び透明性の点から染料が用いられているが、染料には毒性問題があり、また、近年の印刷物の耐光性向上の要求から、顔料を用いることが試みられている。この事実は特開平11-131001号公報の「・・・染料は、その性質上、記録物の耐水性や耐光性に劣るという問題があった。そこで、この問題を解決するため、染料に代えて顔料を使用した顔料インクの開発が行われている。」なる記載の通りである。

【0005】

しかしながら、インクジェット用インクの着色材として顔料を用いた場合は、着色材として染料を用いた場合と比較して、印刷画像の濃度が高く、また、耐水性及び耐光性の点において優れているが、インクジェット用インクは一般にその構成成分の8割が水であるため、殊に有機物である有機顔料の分散は困難であった。また、顔料は染料と違って水等の溶媒には不溶であるため、インクジェット用インクを長期間安定に保つことは困難であると共に、ヘッド部分の目詰まりを起こしやすいという問題を有している。

【0006】

一方、着色材の粒子サイズが微細化することにより、ヘッド部分の目詰まりを減少させると共に、透明性の向上等が期待できるが、反面、インク組成中における分散が困難になると共に、耐光性が低下するという問題が生じる。

【0007】

これまでに、顔料を用いたインクジェット用インク（特開平9-227812

号公報、特開平11-131001号公報及び特開2000-53901号公報  
)や、顔料と樹脂とをカップリング剤でカップリングすること(特許29036  
31号、特許3097208号公報)及び染料をシランカップリング剤を介して  
シリカ粒子表面に結合させること(特許3105511号公報)が知られている  
。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

着色力、耐光性及び分散性に優れると共に、鮮明な色相を有するインクジェ  
ット用インクの着色材は、現在最も要求されているところであるが、未だ得られて  
いない。

【0009】

即ち、前記特開平9-227812号公報及び特開2000-53901号公  
報には、高品位の印刷画像を得ることを目的として、顔料及びコロイダルシリカ  
を含む水性インクジェット用記録液が記載されているが、インクジェット用イン  
ク組成物中における有機顔料の分散が十分ではなく、そのために、インクジェ  
ット用インクの分散安定性及び印刷画像の耐光性が十分とはいえないものである。  
また、着色に関与しないコロイダルシリカを多量に添加しているので顔料濃度を  
上げることができず、印刷画像の高濃度化には不利である。

【0010】

また、前出特開平11-131001号公報には、顔料の表面にシリカ又は硫  
酸バリウムの微粒子を吸着させたインクジェット用記録液が記載されているが、  
顔料表面への微粒子の吸着強度が弱いため、インクジェット用インク組成物中に  
分散させた場合に、顔料と微粒子が脱離してしまい、分散性、耐目詰まり性及び  
印刷画像の耐光性に優れたインクジェット用インクを得ることが困難である。

【0011】

前出特許2903631号公報及び特許3097208号公報には、顔料と樹  
脂粒子とをカップリング剤を用いて反応させた粒子が分散されているインクジェ  
ットプリンタ用インクが記載されているが、後出比較例に示す通り、カップリン  
グ反応が溶液中で行われているため、有機顔料に十分なシェアがかかっておらず

、有機顔料が微細に分散された状態にならないため、有機顔料を芯粒子表面に均一に付着させることができない。

【 0 0 1 2 】

前出特許 3 1 0 5 5 1 1 号公報には、染料をシランカップリング剤を介してシリカ粒子表面に結合させることが記載されているが、後出比較例に示す通り、粒子表面には染料が付着しているため、得られたカラーシリカ粒子は十分な耐光性を有さないものである。

【 0 0 1 3 】

なお、特開平 1 1 - 3 2 3 1 7 4 号公報及び特開 2 0 0 1 - 1 1 3 3 9 号公報には、黒色酸化鉄粒子粉末又は黒色含水酸化鉄粒子粉末の粒子表面にアルコキシシランから生成するオルガノシラン化合物又はポリシロキサンが被覆されており、該オルガノシラン化合物被覆又はポリシロキサン被覆にカーボンブラックが付着している鉄系黒色複合粒子粉末が記載されているが、鉄系黒色粒子粉末に黒色のカーボンブラックを固着させる技術であり、彩度の高い着色材を得る技術とは異なるものである。また、鉄系粒子粉末は比重が 5 ～ 5. 5 と高く、インクジェット用インクの着色材として用いた場合、十分な分散安定性を得ることが困難である。

【 0 0 1 4 】

そこで、本発明は、体質顔料の粒子表面に極微細に分散された状態の有機顔料が糊剤を介して均一な付着層を形成することにより、着色力が高く、鮮明な色相を有すると共に、微粒子でありながら、分散性及び耐光性に優れたインクジェット用インクの着色材を提供することを技術的課題とする。

【 0 0 1 5 】

【課題を解決する為の手段】

前記技術的課題は、次の通りの本発明によって達成できる。

【 0 0 1 6 】

即ち、本発明は、体質顔料の粒子表面が糊剤によって被覆されていると共に該被覆に有機顔料が均一な付着層を形成している平均粒子径 0. 0 0 1 ～ 0. 1 5  $\mu$  m の複合粒子粉末からなることを特徴とするインクジェット用インクの着色材

である（本発明 1）。

【 0 0 1 7 】

また、本発明は、体質顔料の粒子表面が有機ケイ素化合物及びカップリング剤から選ばれる一種又は二種以上の糊剤によって被覆されていると共に該被覆に有機顔料が均一な付着層を形成している平均粒子径 0. 0 0 1 ~ 0. 1 5  $\mu$  m の複合粒子粉末からなることを特徴とするインクジェット用インクの着色材である（本発明 2）。

【 0 0 1 8 】

また、本発明は、前記複合粒子粉末の粒子表面が界面活性剤及び／又は高分子分散剤で被覆されていることを特徴とするインクジェット用インクの着色材である（本発明 3）。

【 0 0 1 9 】

また、本発明は、前記有機顔料の付着量が体質顔料 1 0 0 重量部に対して 1 ~ 5 0 0 重量部であることを特徴とするインクジェット用インクの着色材である（本発明 4）。

【 0 0 2 0 】

また、本発明は、前記各インクジェット用インクの着色材を含有するインクジェット用インクである（本発明 5）。

【 0 0 2 1 】

本発明の構成をより詳しく説明すれば次の通りである。

【 0 0 2 2 】

先ず、本発明に係るインクジェット用インクの着色材について述べる。

【 0 0 2 3 】

本発明における体質顔料は、シリカ粉、ホワイトカーボン、微粉ケイ酸、珪藻土等のシリカ微粒子、クレー、炭酸カルシウム、沈降性硫酸バリウム、アルミナホワイト、タルク、透明性酸化チタン、サチン白等が挙げられる。得られるインクジェット用インクの着色材の色相を考慮すれば、シリカ微粒子が好ましい。

【 0 0 2 4 】

体質顔料の粒子形状は、球状、粒状、多面体状が好ましい。得られるインクジ

エット用インクの分散安定性を考慮すれば、球形度（平均粒子径／平均最短径）（以下、「球形度」という。）が1.0以上2.0未満の球状粒子又は粒状粒子が好ましい。

【0025】

体質顔料の粒子サイズは、平均粒子径0.0009～0.14  $\mu\text{m}$ が好ましく、より好ましくは0.002～0.11  $\mu\text{m}$ 、最も好ましくは0.004～0.09  $\mu\text{m}$ である。

【0026】

平均粒子径が0.14  $\mu\text{m}$ を超える場合には、得られる着色材が粗大粒子となるため透明性が低下し、0.0009  $\mu\text{m}$ 未満の場合には、粒子の微細化により凝集を起こしやすくなるため、粒子表面への糊剤による均一な被覆処理及び有機顔料による均一な付着処理が困難となる。

【0027】

体質顔料のBET比表面積値は15  $\text{m}^2/\text{g}$ 以上が好ましい。BET比表面積値が15  $\text{m}^2/\text{g}$ 未満の場合には、体質顔料が粗大であり、得られる着色材もまた粗大粒子となり透明性が低下する。得られる着色材の透明性を考慮すると、より好ましくは20  $\text{m}^2/\text{g}$ 以上、最も好ましくは25  $\text{m}^2/\text{g}$ 以上である。体質顔料の粒子表面への糊剤による均一な被覆処理及び有機顔料による均一な付着処理を考慮すると、その上限値は500  $\text{m}^2/\text{g}$ が好ましく、より好ましくは400  $\text{m}^2/\text{g}$ であり、最も好ましくは300  $\text{m}^2/\text{g}$ である。

【0028】

本発明における体質顔料の比重は、1.3～4.2の範囲のものが好ましく、より好ましくは1.4～3.8であり、最も好ましくは1.5～3.4である。比重が4.2を超える場合には、得られる着色材の比重も高いものとなるため好ましくない。

【0029】

体質顔料の色相は、 $C^*$ 値が12.0以下の範囲のものが好ましく、より好ましくは $C^*$ 値が10.0以下であり、最も好ましくは8.0以下である。 $C^*$ 値が12.0を超える場合には、体質顔料の色相が強いため、本発明の目的とする

鮮明な色相を有する着色材を得ることが困難となる。

【0030】

本発明における体質顔料の隠蔽力は  $200 \text{ cm}^2/\text{g}$  未満が好ましく、より好ましくは  $150 \text{ cm}^2/\text{g}$  であり、最も好ましくは  $100 \text{ cm}^2/\text{g}$  以下である。隠蔽力が  $200 \text{ cm}^2/\text{g}$  以上の場合には、得られる着色材の透明性が低下するため好ましくない。

【0031】

本発明における糊剤としては、体質顔料の粒子表面へ有機顔料を付着できるものであれば何を用いてもよく、好ましくはアルコキシシラン、フルオロアルキルシラン、ポリシロキサン等の有機ケイ素化合物、シラン系、チタネート系、アルミネート系及びジルコネート系の各種カップリング剤、オリゴマー又は高分子化合物の一種又は二種以上である。体質顔料の粒子表面への有機顔料の付着強度を考慮すれば、より好ましくはアルコキシシラン、フルオロアルキルシラン、ポリシロキサン等の有機ケイ素化合物、シラン系、チタネート系、アルミネート系及びジルコネート系の各種カップリング剤である。

【0032】

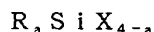
殊に、芯粒子粉末としてシリカ微粒子を用いた場合には、糊剤としては、有機ケイ素化合物もしくはシラン系カップリング剤を用いることが好ましい。

【0033】

本発明における有機ケイ素化合物としては、化1で表わされるアルコキシシランから生成するオルガノシラン化合物、並びに、化2で表わされるポリシロキサン、化3で表わされる変成ポリシロキサン、化4で表わされる末端変成ポリシロキサン又はこれらの混合物を用いることができる。

【0034】

【化 1】



R:  $-C_6H_5$ ,  $-(CH_3)_2CHCH_2$ ,  $-n-C_mH_{2m+1}$

X:  $-OCH_3$ ,  $-OC_2H_5$

m: 1~18の整数

a: 0~3の整数

【0035】

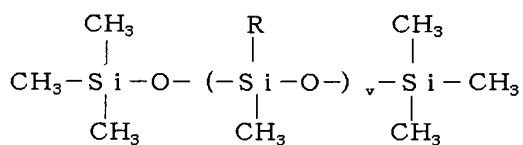
アルコキシシランとしては、具体的には、メチルトリエトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジフェニルジメトキシシラン、イソブチルトリメトキシシラン、デシルトリメトキシシラン等が挙げられる。

【0036】

体質顔料表面への有機顔料の付着強度を考慮すると、メチルトリエトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、イソブチルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシランから生成するオルガノシラン化合物がより好ましく、最も好ましくはメチルトリエトキシシラン、メチルトリメトキシシランから生成するオルガノシラン化合物である。

【0037】

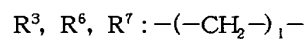
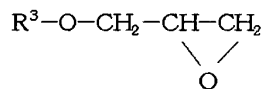
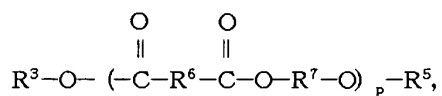
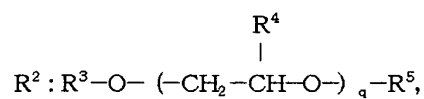
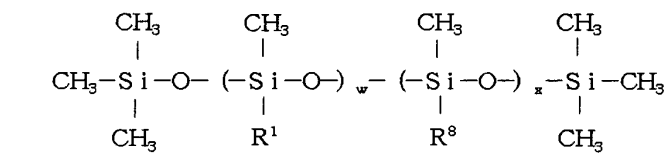
【化 2】



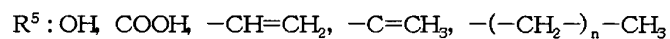
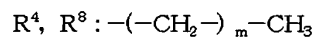
R<sup>1</sup>: H, CH<sub>3</sub>      v: 15~450

【0038】

【化 3】



(R<sup>3</sup>, R<sup>6</sup>及びR<sup>7</sup>は同じであっても異なってもよい)



l : 1~15

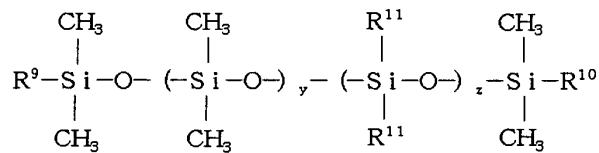
m, n : 0~15

w : 1~50

x : 1~300

【0039】

【化 4】



$\text{R}^9, \text{R}^{10}: -\text{OH}, \text{R}^{12}\text{OH}, \text{R}^{13}\text{COOH}$

( $\text{R}^9$ 及び $\text{R}^{10}$ は同じであっても異なってもよい)

$\text{R}^{11}: -\text{CH}_3, -\text{C}_6\text{H}_5$

$\text{R}^{12}, \text{R}^{13}: -(\text{CH}_2)_p-$

$l: 1\sim 15$

$y: 1\sim 200$

$z: 0\sim 100$

【0040】

体質顔料表面への有機顔料の付着強度を考慮すると、メチルヒドロジェンシロキサン単位を有するポリシロキサン、ポリエーテル変成ポリシロキサン及び末端がカルボン酸で変成された末端カルボン酸変成ポリシロキサンが好ましい。

【0041】

カップリング剤のうち、シラン系カップリング剤としては、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、 $\gamma$ -アミノプロピルトリエトキシシラン、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -メルカプトプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 $N$ - $\beta$ （アミノエチル）- $\gamma$ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、 $\gamma$ -クロロプロピルトリメトキシシラン等が挙げられる。

【0042】

チタネート系カップリング剤としては、イソプロピルトリスチアロイルチタネート、イソプロピルトリス（ジオクチルパイロホスフェート）チタネート、イソプロピルトリ（ $N$ -アミノエチル・アミノエチル）チタネート、テトラオクチルビス（ジトリデシルホスフェイト）チタネート、テトラ（2-2-ジアリルオキシメチル-1-ブチル）ビス（ジトリデシル）ホスフェイトチタネート、ビス（

ジオクチルパイロホスフェート) オキシアセテートチタネート、ビス (ジオクチルパイロホスフェート) エチレンチタネート等が挙げられる。

【0043】

アルミネート系カップリング剤としては、アセトアルコキシアルミニウムジイソプロピレート、アルミニウムジイソプロボキシモノエチルアセトアセテート、アルミニウムトリスエチルアセトアセテート、アルミニウムトリスアセチルアセトネート等が挙げられる。

【0044】

ジルコネート系カップリング剤としては、ジルコニウムテトラキスアセチルアセトネート、ジルコニウムジブトキシビスアセチルアセトネート、ジルコニウムテトラキスエチルアセトアセテート、ジルコニウムトリブトキシモノエチルアセトアセテート、ジルコニウムトリブトキシアセチルアセトネート等が挙げられる。

【0045】

オリゴマーとしては、分子量300以上、10000未満のものが好ましく、高分子化合物としては、分子量10000以上、100000程度のものが好ましい。体質顔料への均一な被覆処理を考慮すれば、液状、もしくは、水又は各種溶剤に可溶なオリゴマー又は高分子化合物が好ましい。

【0046】

糊剤による被覆量は、糊剤被覆体質顔料に対してC換算で0.01~15.0重量%が好ましく、より好ましくは0.02~12.5重量%、最も好ましくは0.03~10.0重量%である。

【0047】

0.01重量%未満の場合には、体質顔料100重量部に対して1重量部以上の有機顔料を付着させることが困難である。15.0重量%を超える場合には、体質顔料100重量部に対して有機顔料を1~500重量部付着させることができるため、必要以上に被覆する意味がない。

【0048】

本発明における有機顔料としては、一般に塗料及び樹脂組成物の着色材として

用いられている赤色系有機顔料、青色系有機顔料、黄色系有機顔料の各有機顔料を使用することができ、前記各有機顔料を用いることによってインクジェット用インクの色相である赤色（マゼンタ）、青色（シアン）及び黄色（イエロー）のインクジェット用インクを製造することができる。

【 0 0 4 9 】

赤色系有機顔料としては、キナクリドンレッド等のキナクリドン顔料、パーマネントカーミン、パーマネントレッド等のアゾ系顔料、縮合アゾレッド等の縮合アゾ顔料及びペリレンレッド等のペリレン顔料を用いることができる。青色系有機顔料としては、無金属フタロシアニンブルー、フタロシアニンブルー、ファストスカイブルー等のフタロシアニン系顔料及びアルカリブルーを用いることができる。黄色系有機顔料としては、ハンザエロー等のモノアゾ系顔料、ベンジジンエロー、パーマネントエロー等のジスアゾ系顔料及び縮合アゾイエロー等の縮合アゾ顔料を用いることができる。

【 0 0 5 0 】

有機顔料の付着量は、体質顔料 1 0 0 重量部に対して 1 ～ 5 0 0 重量部が好ましく、より好ましくは 3 0 ～ 4 0 0 重量部、最も好ましくは 5 0 ～ 3 0 0 重量部である。

【 0 0 5 1 】

1 重量部未満の場合には、体質顔料表面を被覆する有機顔料が少なすぎるため、本発明の目的とする鮮明な色相を有する着色材を得ることが困難となる。5 0 0 重量部を超える場合には、有機顔料の付着量が多いため有機顔料が脱離しやすくなり、その結果、インクジェット用インク中における分散安定性が低下する。

【 0 0 5 2 】

本発明に係るインクジェット用インクの着色材の粒子形状や粒子サイズは、芯粒子である体質顔料の粒子形状や粒子サイズに大きく依存し、芯粒子に相似する粒子形態を有しているとともに、芯粒子よりも若干大きな粒子サイズを有している。

【 0 0 5 3 】

即ち、本発明に係るインクジェット用インクの着色材は、平均粒子径が 0 . 0

0.1～0.15  $\mu\text{m}$ 、好ましくは0.003～0.12  $\mu\text{m}$ 、より好ましくは0.005～0.10  $\mu\text{m}$ である。

【0054】

着色材の平均粒子径が0.15  $\mu\text{m}$ を超える場合には、粒子サイズが大きすぎるため、これを用いて得られたインクジェット用インクは、インクジェット記録装置のヘッド部分への目詰まりを抑制することが困難となる。平均粒子径が0.001  $\mu\text{m}$ 未満の場合には、粒子の微細化により凝集を起こしやすいため、インクジェット用インクへの分散が困難となる。

【0055】

本発明に係るインクジェット用インクの着色材のBET比表面積値は15～500  $\text{m}^2/\text{g}$ が好ましく、より好ましくは20～400  $\text{m}^2/\text{g}$ 、最も好ましくは25～300  $\text{m}^2/\text{g}$ である。BET比表面積値が15  $\text{m}^2/\text{g}$ 未満の場合には、粒子が粗大であり、着色材の透明性が低下する。BET比表面積値が500  $\text{m}^2/\text{g}$ を超える場合には、粒子の微細化により凝集を起こしやすいため、インクジェット用インクへの分散性が低下する。

【0056】

本発明に係るインクジェット用インクの着色材の色相は、 $C^*$ 値20以上が好ましく、より好ましくは22以上、最も好ましくは24以上を有している。殊に、有機顔料として、赤色系有機顔料又は黄色系有機顔料を用いた場合には、 $C^*$ 値は40以上が好ましく、より好ましくは45以上、最も好ましくは50以上である。 $C^*$ 値が20未満の場合は、鮮明な色相を有しているとは言い難い。

【0057】

本発明に係るインクジェット用インクの着色材の比重は、1.3～3.0が好ましく、より好ましくは1.4～2.6であり、最も好ましくは1.5～2.2である。比重が3.0を超える場合には、これを用いて得られたインクジェット用インクの分散安定性が低下する。

【0058】

本発明に係るインクジェット用インクの着色材の隠蔽力は、1000  $\text{cm}^2/\text{g}$ 未満が好ましく、より好ましくは900  $\text{cm}^2/\text{g}$ 、最も好ましくは800  $\text{cm}^2/\text{g}$ である。

$\text{m}^2/\text{g}$  以下である。隠蔽力が  $1000\text{ cm}^2/\text{g}$  以上の場合には、着色材の透明性が低下するため好ましくない。

【0059】

本発明に係るインクジェット用インクの着色材の着色力は、後述する評価方法により 110% 以上が好ましく、より好ましくは 115% 以上、最も好ましくは 120% 以上である。

【0060】

着色材の有機顔料の脱離の程度は後述評価方法における目視観察において、5 又は 4 が好ましく、より好ましくは 5 である。有機顔料の脱離の程度が 4 未満の場合には、脱離した有機顔料によりインクジェット用インク中への均一な分散が阻害される場合がある。

【0061】

本発明に係るインクジェット用インクの着色材の耐光性は、後述する評価方法において、 $\Delta E^*$  値で 3.0 以下が好ましく、より好ましくは 2.5 以下、最も好ましくは 2.0 以下である。 $\Delta E^*$  値で 3.0 を超える場合には、これを着色材として得られたインクジェット用インクによって印刷された画像は、十分な耐光性を有さない。

【0062】

本発明に係るインクジェット用インクの着色材は、必要により、着色材の粒子表面を、更に、界面活性剤及び／又は高分子分散剤によって被覆しておいてもよく、界面活性剤及び／又は高分子分散剤によって被覆しない場合に比べ、インクジェット用インク中における分散性及び分散安定性が向上する。

【0063】

本発明における界面活性剤としては、アニオン系界面活性剤、ノニオン系界面活性剤及びカチオン系界面活性剤を用いることができるが、インクジェット用インク中における分散性及び分散安定性改善効果を考慮すれば、アニオン系界面活性剤及びノニオン系界面活性剤が好ましい。

【0064】

アニオン系界面活性剤としては、具体的には、脂肪酸塩、硫酸エステル塩、ス

ルホン酸塩、リン酸エステル塩等を用いることができ、より好ましくは硫酸エステル塩及びスルホン酸塩である。

【 0 0 6 5 】

ノニオン系界面活性剤としては、具体的には、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアリールエーテル等のポリエチレングリコール型非イオン界面活性剤、ソルビタン脂肪酸エステル等の多価アルコール型非イオン界面活性剤等を用いることができ、より好ましくはポリエチレングリコール型非イオン界面活性剤である。

【 0 0 6 6 】

カチオン系界面活性剤としては、具体的には、アミン塩型カチオン系界面活性剤、第4級アンモニウム塩型カチオン系界面活性剤等を用いることができ、より好ましくは第4級アンモニウム塩型カチオン系界面活性剤である。

【 0 0 6 7 】

高分子分散剤としては、スチレン-アクリル酸共重合体、スチレン-マレイン酸共重合体、ポリアクリル酸誘導体等のアルカリ可溶性樹脂を用いることができる。

【 0 0 6 8 】

界面活性剤及び／又は高分子分散剤の被覆量は、界面活性剤及び／又は高分子分散剤被覆着色材に対してC換算で0.1～10.0重量%が好ましく、より好ましくは0.2～7.5重量%、最も好ましくは0.3～5.0重量%である。

【 0 0 6 9 】

0.1重量%未満の場合には、インクジェット用インク中における分散性及び分散安定性改善効果が得られない。10.0重量%を超える場合には、インクジェット用インク中における分散性及び分散安定性改善効果が飽和するため、必要以上に被覆する意味がない。

【 0 0 7 0 】

本発明3に係る着色材は、本発明1に係る着色材とほぼ同程度の粒子サイズ、BET比表面積値、比重、色相、隠蔽力、着色力、耐光性及び有機顔料の脱離の程度を有している。

【 0 0 7 1 】

本発明に係るインクジェット用インクの着色材は、必要により、体質顔料の粒子表面をあらかじめ、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物より選ばれる少なくとも1種からなる中間被覆物で被覆しておいてもよく、中間被覆物で被覆しない場合に比べ、体質顔料の粒子表面からの有機顔料の脱離量をより低減することができる。

【 0 0 7 2 】

中間被覆物による被覆量は、中間被覆物で被覆された体質顔料に対してAl換算、 $\text{SiO}_2$ 換算又はAl換算量と $\text{SiO}_2$ 換算量との総和で0.01～20重量%が好ましい。

【 0 0 7 3 】

0.01重量%未満である場合には、有機顔料の脱離量の低減効果が得られない。0.01～20重量%の被覆量により、有機顔料の脱離量の低減効果が十分に得られるので、20重量%を超えて必要以上に被覆する意味がない。

【 0 0 7 4 】

中間被覆物で被覆された体質顔料を用いた着色材は、本発明1乃至本発明3に係る着色材とほぼ同程度の粒子サイズ、BET比表面積値、比重、色相、隠蔽力、着色力及び耐光性を有している。また、有機顔料の脱離の程度は中間被覆物で被覆することによって向上し、脱離の程度は5が好ましい。

【 0 0 7 5 】

次に、本発明に係るインクジェット用インクの着色材を含有するインクジェット用インクについて述べる。

【 0 0 7 6 】

本発明に係るインクジェット用インクは、前記インクジェット用インクの着色材、分散剤及び水からなり、必要に応じて、浸透剤、保湿剤、水溶性溶剤、pH調整剤、防腐剤等を含有してもよい。

【 0 0 7 7 】

インクジェット用インク中における着色材の割合は、インク構成溶液に対して1～20重量%が好ましい。

【0078】

インクジェット用インク中における分散剤の割合は、顔料に対して5～200重量%が好ましく、より好ましくは7.5～150重量%、最も好ましくは10～100重量%である。

【0079】

分散剤としては、前記着色材の粒子表面を被覆するための界面活性剤及び／又は高分子分散剤を用いることができ、インクジェット用インク中における着色材の分散性及び分散安定性を考慮すれば、界面活性剤としてはアニオン系界面活性剤、ノニオン系界面活性剤が好ましく、高分子分散剤としては、スチレン-アクリル酸共重合体等の水溶性樹脂が好ましい。

【0080】

本発明に係るインクジェット用インクは、溶媒として水と、必要に応じて水溶性有機溶剤を用いることができる。インクジェット用インク中における水溶性有機溶剤の割合は、インク構成溶液に対して1～50重量%が好ましく、より好ましくは1～40重量%、最も好ましくは1～30重量%である。

【0081】

水溶性有機溶剤としては、メタノール、エタノール、n-プロパノール、i s o-プロパノール等の1価アルコール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール等の2価アルコール、グリセリン等の3価アルコール、ポリエチレングリコール等のポリアルキレングリコール、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル等の多価アルコールの低級アルキルエーテル等を単独で用いても、混合して用いてもよい。好ましくは2価アルコールである。

【0082】

本発明に係るインクジェット用インクは、インク中の着色材の分散粒子径0.2  $\mu$ m以下が好ましく、より好ましくは0.15  $\mu$ m以下、最も好ましくは0.1  $\mu$ m以下である。インク中の分散粒子径が0.2  $\mu$ m以上の場合は、ヘッド部分の目詰まりを起こしやすくなると共に、インクジェット用インク中の着色材の

分散安定性が低下する。

【0083】

本発明に係るインクジェット用インクの分散安定性は、後出評価方法における目視観察において、5又は4が好ましく、より好ましくは5である。また、分散粒子径の変化率は10%以下が好ましく、より好ましくは8%以下である。

【0084】

本発明に係るインクジェット用インクを用いて得られた印刷画像の色相は、C\*値20以上が好ましく、より好ましくは22以上、最も好ましくは24以上を有している。殊に、有機顔料として赤色系有機顔料又は黄色系有機顔料を用いて得られた着色材をインクジェット用インクの着色顔料として用いた場合には、C\*値は40以上が好ましく、より好ましくは45以上、最も好ましくは50以上である。C\*値が20未満の場合は、鮮明な色相を有しているとは言い難い。

【0085】

本発明に係るインクジェット用インクを用いて得られた印刷画像の耐光性は、 $\Delta E^*$ 値で3.0以下が好ましく、より好ましくは2.5以下、最も好ましくは2.0以下である。

【0086】

本発明に係るインクジェット用インクのヘッド部分の耐目詰まり性は、後出評価方法における目視観察において、5又は4が好ましく、より好ましくは5である。

【0087】

次に、本発明に係るインクジェット用インクの着色材の製造法について述べる。

【0088】

本発明に係る着色材は、体質顔料と糊剤を混合し、体質顔料の粒子表面を糊剤によって被覆し、次いで、糊剤によって被覆された体質顔料と有機顔料を混合することによって得ることができる。

【0089】

体質顔料の粒子表面への糊剤による被覆は、体質顔料と糊剤とを機械的に混合

攪拌したり、体質顔料に糊剤を噴霧しながら機械的に混合攪拌すればよい。添加した糊剤は、ほぼその全量が体質顔料の粒子表面に被覆される。

【0090】

なお、糊剤としてアルコキシシランを用いた場合、被覆されたアルコキシシランは、その一部が被覆工程を経ることによって生成する、アルコキシシランから生成するオルガノシラン化合物として被覆されていてもよい。この場合においてもその後の有機顔料の付着に影響することはない。

【0091】

糊剤を均一に体質顔料の粒子表面に被覆するためには、体質顔料の凝集をあらかじめ粉碎機を用いて解きほぐしておくことが好ましい。

【0092】

体質顔料と糊剤との混合攪拌、有機顔料と粒子表面に糊剤が被覆されている体質顔料との混合攪拌をするための機器としては、粉体層にせん断力を加えることのできる装置が好ましく、せん断、へらなで及び圧縮が同時に行える装置、例えば、ホイール型混練機、ボール型混練機、ブレード型混練機、ロール型混練機を用いることが好ましい。ホイール型混練機がより効果的に使用できる。

【0093】

前記ホイール型混練機としては、エッジランナー（「ミックスマラー」、「シンプソンミル」、「サンドミル」と同義語である）、マルチマル、ストッツミル、ウエットパンミル、コナーミル、リングマラー等があり、好ましくはエッジランナー、マルチマル、ストッツミル、ウエットパンミル、リングマラーであり、より好ましくはエッジランナーである。前記ボール型混練機としては、振動ミルがある。前記ブレード型混練機としては、ヘンシェルミキサー、プラネタリーミキサー、ナウタミキサーがある。前記ロール型混練機としては、エクストルーダーがある。

【0094】

体質顔料と糊剤との混合攪拌時における処理条件は、体質顔料の粒子表面に糊剤ができるだけ均一に被覆されるように、適宜調整すればよく、線荷重は19.6～1960 N/cm（2～200 Kg/cm）が好ましく、より好ましくは9

8～1470N/cm (10～150Kg/cm)、最も好ましくは147～980N/cm (15～100Kg/cm) であり、処理時間は5分～24時間が好ましく、より好ましくは10分～20時間の範囲であり、攪拌速度は2～2000rpmが好ましく、より好ましくは5～1000rpm、最も好ましくは10～800rpmの範囲である。

【0095】

糊剤の添加量は、体質顔料100重量部に対して0.15～45重量部が好ましい。0.15～45重量部の添加量により、体質顔料100重量部に対して有機顔料を1～500重量部付着させることができる。

【0096】

体質顔料の粒子表面に糊剤を被覆した後、有機顔料を添加し、混合攪拌して糊剤被覆に有機顔料を付着させる。必要により更に、乾燥乃至加熱処理を行ってもよい。

【0097】

有機顔料は、少量ずつ時間をかけながら、殊に5～180分程度をかけて添加するのが好ましい。

【0098】

混合攪拌時における処理条件は、有機顔料が均一に付着するように適宜調整すればよく、線荷重は19.6～1960N/cm (2～200Kg/cm) が好ましく、より好ましくは98～1470N/cm (10～150Kg/cm)、最も好ましくは147～980N/cm (15～100Kg/cm) であり、処理時間は5分～24時間が好ましく、より好ましくは10分～20時間の範囲であり、攪拌速度は2～2000rpmが好ましく、より好ましくは5～1000rpm、最も好ましくは10～800rpmの範囲である。

【0099】

有機顔料の添加量は、体質顔料100重量部に対して1～500重量部であり、好ましくは30～400重量部、より好ましくは50～300重量部である。有機顔料の添加量が上記範囲外の場合には、目的とする着色材が得られない。

【0100】

乾燥乃至加熱処理を行う場合の加熱温度は、通常40～150℃が好ましく、より好ましくは60～120℃であり、加熱時間は、10分～12時間が好ましく、30分～3時間がより好ましい。

【0101】

なお、着色材の糊剤としてアルコキシシランを用いた場合には、これらの工程を経ることにより、最終的にはアルコキシシランから生成するオルガノシラン化合物となって被覆されている。

【0102】

本発明に係るインクジェット用インクの着色材は前記処理工程を経ることによって、添加した有機顔料が微細化されて均一、且つ緻密に糊剤を介して体質顔料の粒子表面に付着層を形成しているものである。

【0103】

本発明3に係るインクジェット用インクの着色材は、上記で得られた着色材を、更に、界面活性剤及び／又は高分子分散剤で被覆することによって得ることができる。

【0104】

着色材の界面活性剤及び／又は高分子分散剤による被覆は、着色材と界面活性剤及び／又は高分子分散剤とを機械的に混合攪拌すればよい。

【0105】

界面活性剤及び／又は高分子分散剤の添加量は、着色材100重量部に対して0.05～56重量部が好ましい。0.05～50重量部の添加量により、着色材のインクジェット用インク中への分散性及び分散安定性をより改善することができる。

【0106】

体質顔料は、必要により、糊剤との混合攪拌に先立って、あらかじめ、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物より選ばれる少なくとも一種からなる中間被覆物で被覆しておいてもよい。

【0107】

中間被覆物による被覆は、体質顔料を分散して得られる水懸濁液に、アルミニ

ウム化合物、ケイ素化合物又は当該両化合物を添加して混合攪拌することにより、又は、必要により、混合攪拌後に pH 値を調整することにより、前記体質顔料の粒子表面を、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物より選ばれる少なくとも一種からなる中間被覆物で被覆し、次いで、濾別、水洗、乾燥、粉碎する。必要により、更に、脱気・圧密処理等を施してもよい。

【 0 1 0 8 】

アルミニウム化合物としては、酢酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム等のアルミニウム塩や、アルミン酸ナトリウム等のアルミン酸アルカリ塩等が使用できる。

【 0 1 0 9 】

ケイ素化合物としては、3 号水ガラス、オルトケイ酸ナトリウム、メタケイ酸ナトリウム等が使用できる。

【 0 1 1 0 】

次に、本発明に係るインクジェット用インクの製造法について述べる。

【 0 1 1 1 】

本発明に係るインクジェット用インクは、所定量の着色材、分散剤及び水、必要により、浸透剤、保湿剤、水溶性溶剤、pH 調整剤、防腐剤等の添加剤とを分散機により混合分散して、一次分散液を作製した後、更に水、水溶性溶剤及びその他添加剤を添加して混合分散し、次いで、メンブランフィルターを用いて濾過することによって得られる。

【 0 1 1 2 】

前記分散機としては、ボールミル、サンドミル、アトライター、ロールミル、ビーズミル、コロイドミル、超音波ホモジナイザ、高圧ホモジナイザ等を使用することができる。

【 0 1 1 3 】

【発明の実施の形態】

本発明の代表的な実施の形態は、次の通りである。

【 0 1 1 4 】

粒子の平均粒子径は、いずれも電子顕微鏡写真（× 5 0, 0 0 0）に示される粒子 3 5 0 個の粒子径をそれぞれ測定し、その平均値で示した。

【 0 1 1 5 】

球形度は、平均粒子径（平均最長径）と平均最短径との比で示した。

【 0 1 1 6 】

比表面積値は、B E T 法により測定した値で示した。

【 0 1 1 7 】

体質顔料、有機顔料及び着色材の比重は、「マルチボリウム 密度計 1 3 0 5 型」（マイクロメリティクス社製）を用いて求めた。

【 0 1 1 8 】

中間被覆物によって被覆された体質顔料の粒子表面に存在する A l 量及び S i 量は、「蛍光 X 線分析装置 3 0 6 3 M 型」（理学電機工業株式会社製）を使用し、J I S K 0 1 1 9 の「けい光 X 線分析通則」に従って測定した。

【 0 1 1 9 】

体質顔料の粒子表面に被覆されている糊剤の被覆量、着色材に付着している有機顔料の付着量及び着色材の粒子表面に被覆されている界面活性剤又は高分子分散剤の量は、「堀場金属炭素・硫黄分析装置 E M I A - 2 2 0 0 型」（株式会社堀場製作所製）を用いて炭素量を測定することにより求めた。

【 0 1 2 0 】

体質顔料に付着している有機顔料の脱離の程度は、下記の方法により 5 段階で評価した。5 が体質顔料の粒子表面からの有機顔料の脱離量が少ないことを示す。

【 0 1 2 1 】

被測定粒子粉末 2 g とエタノール 2 0 m l を 5 0 m l の三角フラスコに入れ、6 0 分間超音波分散を行った後、回転数 1 0, 0 0 0 r p m で 1 5 分間遠心分離を行い、被測定粒子粉末と溶剤部分とを分離した。得られた被測定粒子粉末を 8 0 ℃ で 1 時間乾燥させ、電子顕微鏡写真（× 5 0, 0 0 0）に示される視野の中に存在する、脱離して再凝集した有機顔料の個数を目視で観察し、体質顔料と有機顔料を、糊剤を介さず単に混合しただけの着色材の電子顕微鏡写真（× 5 0,

000)と比較して5段階で評価した。

【0122】

- 1：体質顔料と有機顔料を、糊剤を介さず単に混合した場合と同程度。
- 2：体質顔料100個あたりに30個以上50個未満。
- 3：体質顔料100個あたりに10個以上30個未満。
- 4：体質顔料100個あたりに5個以上10個程度。
- 5：体質顔料100個あたりに5個未満。

【0123】

体質顔料、有機顔料及び着色材の色相は、試料0.5gとヒマシ油0.5mlとをフーバー式マーラーで練ってペースト状とし、このペーストにクリアラッカー4.5gを加え、混練、塗料化してキャストコート紙上に150μm(6mil)のアプリケーターを用いて塗布した塗布片(塗膜厚み：約30μm)を作製し、該塗布片について「多光源分光測色計MSC-IS-2D」(スガ試験機株式会社製)を用いて測定を行い、JIS Z 8729に定めるところに従って表色指数L\*値、a\*値及びb\*値で示した。なお、C\*値は彩度を表し、下記数1に従って求めることができる。

【0124】

【数1】

$$C^* \text{ 値} = ((a^* \text{ 値})^2 + (b^* \text{ 値})^2)^{1/2}$$

【0125】

着色材の着色力は、まず下記に示す方法に従って作製した原色エナメルと展色エナメルのそれぞれを、キャストコート紙上に150μm(6mil)のアプリケーターを用いて塗布して塗布片を作製し、該塗布片について「多光源分光測色計MSC-IS-2D」(スガ試験機株式会社製)を用いて、JIS Z 8729に定めるところに従って表色指数L\*値を測色した。

【0126】

次いで、着色材の標準試料として、着色材と同様の割合で有機顔料と体質顔料とを単に混合した混合顔料を用いて、前記と同様にして原色エナメルと展色エナメルの塗布片を作製し、前記と同様にして各塗布片のL\*値を測色し、その差を

$\Delta L s^*$  値とした。

【0127】

得られた着色材の  $\Delta L^*$  値と標準試料の  $\Delta L s^*$  値を用いて下記数2に従って算出した値を着色力(%)として示した。

【0128】

【数2】

$$\text{着色力}(\%) = 100 + \{(\Delta L s^* \text{ 値} - \Delta L^* \text{ 値}) \times 10\}$$

【0129】

原色エナメルの作製：

上記試料粉体10gとアミノアルキッド樹脂16g及びシンナー6gとを配合して3mmφガラスビーズ90gと共に140mlのガラスビンに添加し、次いで、ペイントシェーカーで45分間混合分散した後、アミノアルキッド樹脂50gを追加し、更に5分間ペイントシェーカーで分散させて、原色エナメルを作製した。

【0130】

展色エナメルの作製：

上記原色エナメル12gとアミラックホワイト（二酸化チタン分散アミノアルキッド樹脂）40gとを配合し、ペイントシェーカーで15分間混合分散して、展色エナメルを作製した。

【0131】

体質顔料、有機顔料及び着色材の隠蔽力は、上記で得られた原色エナメルを用いて、JIS K 5101 8.2のクリプトメーター法に従って得られた値で示した。

【0132】

着色材の耐光性は、上記に示す方法に従って作製した原色エナメルを冷間圧延鋼板(0.8mm×70mm×150mm)(JIS G-3141)に150μmの厚みで塗布、乾燥して塗膜を形成することによって得られた測定用試料片の半分を金属製フویلで覆い、「アイ スーパーUVテスター SUV-W13」(岩崎電気株式会社製)を用いて、紫外線を照射強度100mW/cm<sup>2</sup>で

6時間連続照射した後、紫外線が照射された部分と、金属製フイルで覆うことによって紫外線が照射されなかった部分との色相（ $L^*$  値、 $a^*$  値、 $b^*$  値）を「多光源分光測色計MSC-I S-2D」（スガ試験機株式会社製）を用いてそれぞれ測定し、金属製フイルで覆うことによって紫外線が照射されなかった部分の測定値を基準に、下記数3に従って算出した $\Delta E^*$  値によって耐光性を示した。

## 【0133】

## 【数3】

$$\Delta E^* \text{ 値} = \left( (\Delta L^* \text{ 値})^2 + (\Delta a^* \text{ 値})^2 + (\Delta b^* \text{ 値})^2 \right)^{1/2}$$

$\Delta L^*$  値：比較する試料の紫外線照射有無の $L^*$  値の差

$\Delta a^*$  値：比較する試料の紫外線照射有無の $a^*$  値の差

$\Delta b^*$  値：比較する試料の紫外線照射有無の $b^*$  値の差

## 【0134】

インクジェット用インク中の分散粒子径は、「レーザー回折式粒度分布測定装置 model HELOSLA/KA」（SYMPATEC社製）を用いて測定した。

## 【0135】

インクジェット用インクの分散安定性は、インク25mlを25mlの非色管に入れ、60℃で1ヶ月間静置した後、顔料の沈降程度を目視で評価し、下記の5段階で評価を行った。

## 【0136】

- 1：非着色部分が10cm以上。
- 2：非着色部分が5cm以上、10cm未満。
- 3：非着色部分が1cm以上、5cm未満。
- 4：非着色部分が1cm未満。
- 5：非着色部分が認められず。

## 【0137】

インクジェット用インクの分散粒子径の変化率は、インクを60℃で1ヶ月間静置した後、前記「レーザー回折式粒度分布測定装置 model HELOS

LA/K A」(SYMPATEC社製)」を用いて測定し、静置前後の分散粒子径の変化量を静置前の値で除した値を変化率として百分率で示した。

【0138】

インクジェット用インクの色相及び彩度は、普通紙「KB」(コクヨ株式会社製)に記録した印刷画像の色相を「多光源分光測色計MSC-IS-2D」(スガ試験機株式会社製)を用いてJIS Z 8729に定めるところに従って表色指数L\*値、a\*値、b\*値及びC\*値で示した。

【0139】

インクジェット用インクの耐光性は、普通紙「KB」(コクヨ株式会社製)に記録した記録紙の半分を金属製フイルで覆い、「アイ スーパーUVテスター SUV-W13」(岩崎電気株式会社製)を用いて、紫外線を照射強度100 mW/cm<sup>2</sup>で6時間連続照射した後、紫外線が照射された部分と、金属製フイルで覆うことによって紫外線が照射されなかった部分との色相(L\*値、a\*値、b\*値)を「多光源分光測色計MSC-IS-2D」(スガ試験機株式会社製)を用いてそれぞれ測定し、金属製フイルで覆うことによって紫外線が照射されなかった部分の測定値を基準に、上記数3に従って算出したΔE\*値によって耐光性を示した。

【0140】

インクジェット用インクの耐目詰まり性は、インクをインクジェットプリンター「Deskjet 970Cxi」(HEWLETT PACKARD社製)のカートリッジに入れて、普通紙「KB」(コクヨ株式会社製)に室温で印字を行い、印字の乱れ、欠け又は不吐出の程度を目視で評価し、下記の5段階で評価を行った。

【0141】

- 1: 1枚目から印字の乱れ、欠け又は不吐出が有り。
- 2: 5枚目から印字の乱れ、欠け又は不吐出が有り。
- 3: 10枚目から印字の乱れ、欠け又は不吐出が有り。
- 4: 20枚目から印字の乱れ、欠け又は不吐出が有り。
- 5: 25枚目から印字の乱れ、欠け又は不吐出が有り。

## 【0142】

## ＜着色材の製造＞

図1の電子顕微鏡写真(×50000)に示すシリカ粒子粉末(粒子形状:球状、平均粒子径 $0.022\mu\text{m}$ 、球形度 $1.06$ 、BET比表面積値 $193.8\text{m}^2/\text{g}$ 、比重 $2.32$ 、 $L^*$ 値 $92.4$ 、 $a^*$ 値 $0.2$ 、 $b^*$ 値 $0.4$ 、 $C^*$ 値 $0.4$ 、隠蔽力 $10\text{cm}^2/\text{g}$ ) $7.0\text{kg}$ に、メチルヒドロジェンポリシロキサン(商品名:TSF484:GE東芝シリコン株式会社製) $280\text{g}$ を、エッジランナーを稼動させながらシリカ粒子粉末に添加し、 $588\text{N}/\text{cm}$ ( $60\text{Kg}/\text{cm}$ )の線荷重で30分間混合攪拌を行った。なお、このときの攪拌速度は $22\text{rpm}$ で行った。

## 【0143】

次に、図2の電子顕微鏡写真(×50000)に示す有機顔料A(種類:フタロシアニン系顔料、粒子形状:粒状、平均粒子径 $0.06\mu\text{m}$ 、BET比表面積値 $71.6\text{m}^2/\text{g}$ 、比重 $1.65$ 、隠蔽力 $630\text{cm}^2/\text{g}$ 、耐光性 $\Delta E^*$ 値 $10.8$ 、 $L^*$ 値 $17.7$ 、 $a^*$ 値 $9.7$ 、 $b^*$ 値 $-23.4$ 、 $C^*$ 値 $25.4$ ) $7.0\text{kg}$ を、エッジランナーを稼動させながら30分間かけて添加し、更に $588\text{N}/\text{cm}$ ( $60\text{Kg}/\text{cm}$ )の線荷重で120分間混合攪拌を行い、メチルヒドロジェンポリシロキサン被覆に有機顔料Aを付着させた後、乾燥機を用いて $80^\circ\text{C}$ で60分間乾燥を行い、着色材を得た。なお、このときの攪拌速度は $22\text{rpm}$ で行った。

## 【0144】

得られた着色材は、平均粒子径が $0.026\mu\text{m}$ 、球形度 $1.07$ の粒状粒子であった。BET比表面積値は $128.1\text{m}^2/\text{g}$ 、比重 $1.97$ 、色相のうち $L^*$ 値は $20.9$ 、 $a^*$ 値は $9.4$ 、 $b^*$ 値は $-21.6$ 、 $C^*$ 値は $23.6$ であり、隠蔽力は $550\text{cm}^2/\text{g}$ 、着色力は $158\%$ 、耐光性 $\Delta E^*$ 値は $1.6$ 、有機顔料の脱離の程度は5であり、メチルヒドロジェンポリシロキサンの被覆量はC換算で $1.08$ 重量%であった。付着している有機顔料A量はC換算で $33.16$ 重量%(シリカ粒子粉末 $100$ 重量部に対して $100$ 重量部に相当する)であった。

## 【 0 1 4 5 】

得られた着色材の電子顕微鏡写真（× 5 0 0 0 0）を図 3 に示す。電子顕微鏡写真の観察結果より、添加した有機顔料 A の粒子がほとんど認められないことから、有機顔料 A のほぼ全量がメチルヒドロジェンポリシロキサン被覆に付着していることが認められた。また、有機顔料 A は添加時の粒子形状及び粒子サイズを維持しておらず、芯粒子よりもはるかに微細化された状態で体質顔料の粒子表面に付着層を形成していることが認められた。

## 【 0 1 4 6 】

一方、糊剤を用いない以外は、発明の実施の形態と同様にして体質顔料と有機顔料 A とを単に混合して得られた処理粉末の電子顕微鏡写真（× 5 0 0 0 0）を図 4 に示す。図 4 の電子顕微鏡写真に示される通り、糊剤を添加せずに有機顔料 A とシリカ粒子粉末を単に混合しただけでは、有機顔料 A は微細化されておらず、更に、両粒子がばらばらに混在しているだけで有機顔料 A が体質顔料の粒子表面に、均一、且つ、緻密には付着していないことが認められた。

## 【 0 1 4 7 】

## ＜インクジェット用インクの製造＞

サンドミルに、イオン交換水 8 8 . 5 重量部及び分散剤（ポリアクリル酸：スチレン-マレイン酸共重合体＝ 8 : 2 の混合物） 1 . 2 重量部を入れて混合した後、該混合溶液に、着色材 1 0 . 0 重量部及び消泡剤（シリコン系消泡剤） 0 . 3 重量部を添加して 1 時間混合分散させて、インクジェット用一次分散液を得た。

## 【 0 1 4 8 】

次いで、下記の原料を混合攪拌した後、 0 . 5  $\mu$  m のメンブランフィルターを用いて濾過することにより、インクジェット用インクを得た。

上記 1 次分散液	1 0 . 0 重量部
ジエチレングリコール	2 . 0 重量部
イオン交換水	8 . 0 重量部

## 【 0 1 4 9 】

得られたインクジェット用インクは、インク中の分散粒子径が、 0 . 0 3  $\mu$  m

、粘度が168cP、分散安定性のうち目視評価が5、分散粒子径の変化率が6.6%、色相はL\*値が21.0、a\*値が9.0、b\*値が-21.5、C\*値が23.3、耐光性は $\Delta E^*$ 値が1.0、耐目詰まり性が5であった。

【0150】

【作用】

本発明において最も重要な点は、体質顔料の粒子表面が糊剤によって被覆されていると共に、該被覆に有機顔料が微細化された状態で均一な付着層を形成しているインクジェット用インクの着色材は、着色力が高く、鮮明な色相を有すると共に、微粒子でありながら、分散性及び耐光性に優れているという事実である。

【0151】

本発明に係るインクジェット用インクの着色材が鮮明な色相を有する理由について、本発明者は、芯粒子として彩度が低く、且つ隠蔽力が低い体質顔料を用いたことによって、有機顔料の色相が芯粒子の色相によって打ち消されることなく発色できたためと考えている。

【0152】

本発明に係る着色材が優れた分散性を有する理由として、本発明者は、比較的分散性に優れている体質顔料を用いたこと及び糊剤によって有機顔料が体質顔料の粒子表面に強固に付着されているので着色材から脱離する有機顔料が少なく、そのため、脱離した有機顔料によって系内の分散が阻害されないことによるものと考えている。

【0153】

また、着色材の表面を界面活性剤及び／又は高分子分散剤で被覆した場合には、より分散安定性に優れたインクジェット用インクを得ることができる。その理由として、本発明者は、本発明に係る着色材の粒子表面を、親水性の表面改質剤である界面活性剤及び／又は高分子分散剤で被覆することにより、その構成成分の大部分が水であるインクジェット用インク中で、該着色材をより均一、且つ、安定に分散させることができたためと考えている。

【0154】

本発明に係るインクジェット用インクは、分散安定性に優れると共に、インク

ジェット記録装置のヘッド部分の目詰まりを改善することができる。更に、該インクジェット用インクを用いて得られた印刷画像は、鮮明な色相を有しており、且つ、耐光性に優れている。

【 0 1 5 5 】

本発明に係るインクジェット用インクの分散安定性が優れている理由として、本発明者は、通常、インク構成溶液中で  $0.1 \mu\text{m}$  程度の分散粒子径で存在しており、時間の経過と共に自己凝集して沈降しやすい有機顔料が、本発明に係るインクジェット用インクの着色材の場合には、通常沈降防止剤として添加されている体質顔料の粒子表面に均一な付着層を形成していることによって個々の粒子が分散した状態でインク構成溶液中に存在しているためと考えている。

【 0 1 5 6 】

本発明に係るインクジェット用インクの、インクジェット記録装置のヘッド部分の目詰まりが抑制されている理由として、本発明者は、微細な分散が困難であり、また、通常はインク構成溶液中で  $0.1 \mu\text{m}$  程度の分散粒子径で存在するために、時間の経過と共に自己凝集してインクジェット記録装置のヘッド部分のノズル径に対して粒子サイズが大きくなり、インクジェット記録装置のヘッド部分の目詰まりの原因となる有機顔料が、本発明に係るインクジェット用インクの着色材の場合には、微細な粒子サイズを有する体質顔料の粒子表面に極微細に分散した状態で付着層を形成することによって、自己凝集することなく、分散した状態でインク構成溶液中に存在しているためと考えている。

【 0 1 5 7 】

本発明に係るインクジェット用インクを用いて得られた印刷画像の色相が鮮明である理由について本発明者は、通常は、インク構成溶液中で  $0.1 \mu\text{m}$  程度の分散粒子径で存在する有機顔料が、本発明に係るインクジェット用インクの着色材の場合には、より微細化されて体質顔料の粒子表面に付着層を形成しているので、個々の有機顔料が極微細に分散した状態と同様になっていること及び前述した通り着色材が分散性に優れていることによるものと考えている。

【 0 1 5 8 】

本発明に係るインクジェット用インクを用いて得られた印刷画像が優れた耐光

性を有している理由として、本発明者は、インクジェット用インクの着色剤として、染料と比べて格段に耐光性に優れている有機顔料を体質顔料の粒子表面に付着させた本発明に係る着色材を用いたことによるものと考えている。

【 0 1 5 9 】

【実施例】

次に、実施例及び比較例を示す。

【 0 1 6 0 】

芯粒子 1 ～ 4 :

芯粒子粉末として表 1 に示す特性を有する体質顔料を用意した。

【 0 1 6 1 】

【表 1】

芯粒子粉末の特性											
芯粒子 の種類	種類	形状	平均 粒子径 ( $\mu$ m)	球形度 (-)	BET比 表面積値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	比重 (-)	色相				隠蔽力 ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )
							L* 値 (-)	a* 値 (-)	b* 値 (-)	C* 値 (-)	
芯粒子1	シリカ	球状	0.021	1.02	196.2	2.19	93.1	0.1	0.3	0.3	6
＃2	＃	粒状	0.013	1.28	256.3	2.43	94.0	0.3	-0.1	0.3	11
＃3	アルミナ	粒状	0.098	1.31	41.3	3.65	96.3	0.1	0.2	0.2	18
＃4	沈降性硫酸バリウム	粒状	0.059	1.22	21.3	4.15	91.6	0.3	1.1	1.1	13

【0162】

芯粒子 5

芯粒子1のシリカ粒子粉末20kgと水150lとを用いて、シリカ粒子粉末を含むスラリーを得た。得られたシリカ粒子粉末を含む分散スラリーのpH値を10.5とした。次に、該スラリーに水を加えスラリー濃度を98g/lに調整した。このスラリー150lを加熱して60℃とし、このスラリー中に1.0mol/lの $\text{NaAlO}_2$ 溶液2722ml（シリカ粒子粉末に対してAl換算で0.5重量%に相当する）を加え、30分間保持した後、酢酸を用いてpH値を7.5に調整した。この状態で30分間保持した後、濾過、水洗、乾燥、粉碎して粒子表面がアルミニウムの水酸化物により被覆されているシリカ粒子粉末を得た。

【0163】

得られた粒子表面がアルミニウムの水酸化物により被覆されているシリカ粒子粉末の諸特性を表3に示す。

【0164】

芯粒子6～8

芯粒子の種類、表面処理工程における添加物の種類及び量を種々変えた以外は芯粒子5と同様にして表面処理済芯粒子粉末を得た。

【0165】

このときの処理条件を表2に、得られた表面処理済芯粒子粉末の諸特性を表3に示す。尚、表面処理工程における被覆物の種類のAはアルミニウムの水酸化物であり、Sはケイ素の酸化物を表わす。

【0166】

【表 2】

芯粒子	芯粒子 の種類	表面処理工程					
		添加物			被覆物		
		種類	換算 元素	量 (重量%)	種類	換算 元素	量 (重量%)
芯粒子5	芯粒子1	アルミン酸ナトリウム	Al	0.5	A	Al	0.49
＃ 6	＃ 2	硫酸アルミニウム	Al	2.0	A	Al	1.96
＃ 7	＃ 3	3号水ガラス	SiO <sub>2</sub>	0.5	S	SiO <sub>2</sub>	0.48
＃ 8	＃ 4	アルミン酸ナトリウム	Al	2.00	A	Al	1.93
		3号水ガラス	SiO <sub>2</sub>	0.50	S	SiO <sub>2</sub>	0.47

【 0 1 6 7 】

【表3】

表面処理済芯粒子粉末の特性									
芯粒子 の種類	平均 粒子径 ( $\mu$ m)	球形度 (-)	BET比 表面積値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	比重 (-)	色相				隠蔽力 ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )
					L* 値 (-)	a* 値 (-)	b* 値 (-)	C* 値 (-)	
芯粒子5	0.022	1.02	186.3	2.20	93.1	0.1	0.1	0.1	6
“ 6	0.015	1.28	211.4	2.45	94.1	0.2	0.1	0.2	10
“ 7	0.099	1.31	40.8	3.60	93.8	0.1	0.3	0.3	21
“ 8	0.061	1.22	21.9	4.13	91.0	0.4	0.8	0.9	14

【0168】

有機顔料A～D：

有機顔料として表4に示す諸特性を有する有機顔料を用意した。

【0169】

【表4】

有機顔料	有機顔料の特性										
	種類	粒子 形状	平均 粒子径 ( $\mu$ m)	BET比 表面積値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	比重 (-)	隠蔽力 ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )	耐光性 $\Delta E^*$ 値 (-)	色相			
								L*値 (-)	a*値 (-)	b*値 (-)	C*値 (-)
有機顔料A	ピグメント ブルー (フタロシアニン系顔料)	粒状	0.06	71.6	1.65	630	10.8	17.7	9.7	-23.4	25.4
" B	ピグメント レッド (キナクリドン系顔料)	粒状	0.58	19.3	1.68	480	14.7	37.0	51.9	20.6	55.8
" C	ピグメント レッド (アゾ系顔料)	粒状	0.55	18.6	1.48	380	18.6	39.3	49.2	19.8	53.0
" D	ピグメント イエロー (アゾ系顔料)	粒状	0.74	11.2	1.85	320	16.3	65.4	-6.9	59.4	59.8

【 0 1 7 0 】

実施例 1 ～ 1 0、比較例 1 ～ 4：

芯粒子の種類、糊剤による被覆工程における糊剤の種類、添加量、エッジランナー処理の線荷重及び時間、有機顔料の付着工程における有機顔料の種類、添加量、エッジランナー処理の線荷重及び時間を種々変化させた以外は、前記発明の実施の形態と同様にして着色材を得た。

【 0 1 7 1 】

このときの製造条件を表 5 に、得られた着色材の諸特性を表 6 に示す。

【 0 1 7 2 】

【表 5】

実施例 及び 比較例	芯粒子 の種類	着色材の製造									
		糊剤による被覆工程					有機顔料の付着工程				
		添加物			エッジランナー処理			有機顔料			被覆量 (C換算) (重量%)
		種類	添加量 (重量部)	線荷重 (N/cm)	時間 (min)	被覆量 (C換算) (重量%)	種類	添加量 (重量部)	線荷重 (N/cm)	時間 (min)	
実施例 1	芯粒子 1	メチルトリエトキシシラン	2.0	588	60	30	A	50.0	588	60	22.14
" 2	" 2	メチルハイドロジェンボリスロキサン	3.0	588	60	20	B	100.0	588	60	38.36
" 3	" 3	イソプロピルトリイソステアロイルオクタネート	3.0	441	45	30	C	100.0	588	60	29.08
" 4	" 4	水溶性アクリル樹脂	2.0	588	60	20	D	100.0	588	60	28.25
" 5	" 5	γ-アミノプロピルトリエトキシシラン	5.0	735	75	30	A	100.0	735	75	33.19
" 6	" 6	メチルハイドロジェンボリスロキサン	4.0	294	30	30	B	150.0	588	60	46.03
" 7	" 7	フェニルトリエトキシシラン	6.0	588	60	20	C	30.0	588	60	13.37
" 8	" 8	メチルトリエトキシシラン	8.0	441	45	20	D	50.0	441	45	18.81
" 9	実施の形 態の粒ニ	メチルハイドロジェンボリスロキサン	4.0	588	60	30	B	100.0	588	60	38.42
" 10	" "	メチルハイドロジェンボリスロキサン	4.0	588	60	30	D	100.0	588	60	28.21
比較例 1	芯粒子 1	---	---	---	---	---	A	50.0	588	60	22.04
" 2	" 1	メチルトリエトキシシラン	0.005	588	60	30	A	50.0	588	60	22.09
" 3	" 1	" "	1.0	588	60	30	A	750.0	588	60	58.53
" 4	" 1	" "	1.0	588	60	30	A	0.5	588	60	0.30

【0173】

【表6】

実施例 及び 比較例	着色材の特性											有機顔料 の脱離の 程度 (%)
	平均 粒子径 (μm)	球形度 (-)	BET比 表面積値 (m <sup>2</sup> /g)	比重 (-)	色相				隠蔽力 (cm <sup>2</sup> /g)	着色力 (%)	耐光性 ΔE* 値 (-)	
					L* 値 (-)	a* 値 (-)	b* 値 (-)	C* 値 (-)				
実施例1	0.023	1.02	121.2	2.00	21.3	8.6	-21.3	23.0	520	138	1.2	5
" 2	0.018	1.28	165.8	2.04	44.2	50.8	19.8	54.5	420	165	1.4	5
" 3	0.099	1.32	38.6	2.54	48.3	48.6	18.5	52.0	320	136	1.9	4
" 4	0.061	1.22	21.0	2.98	71.3	-5.0	54.6	54.8	220	143	2.0	4
" 5	0.026	1.02	115.4	1.90	20.6	8.8	-21.8	23.5	560	164	1.0	5
" 6	0.023	1.28	151.2	1.97	41.6	50.3	19.3	53.9	440	183	1.3	5
" 7	0.100	1.31	40.1	3.02	46.6	48.0	18.0	51.3	260	118	1.6	5
" 8	0.062	1.22	20.4	3.25	68.3	-5.6	56.6	56.9	180	125	1.6	5
" 9	0.026	1.07	120.9	1.99	43.9	50.8	19.5	54.4	540	157	1.7	5
" 10	0.026	1.06	117.6	2.06	71.0	-6.1	55.3	55.6	520	155	1.9	5
比較例1	0.021	1.02	153.2	2.01	24.6	6.3	-15.6	16.8	480	110	8.1	1
" 2	0.021	1.02	148.3	2.01	23.9	5.8	-17.8	18.7	450	113	7.6	2
" 3	0.033	1.05	81.6	1.71	18.1	9.5	-23.0	24.9	620	208	6.7	2
" 4	0.021	1.02	188.3	2.18	48.2	3.1	-6.3	7.0	120	101	1.5	---
" 5	0.021	1.02	179.5	2.01	22.5	6.5	-15.0	16.3	540	109	7.7	1
" 6	0.021	1.02	182.7	2.13	26.4	5.8	-18.9	19.8	480	96	12.5	---

## 【0174】

比較例 5（特許第 3097208 号 実施例 1 の追試実験）

下記配合割合量にて、芯粒子 1 のシリカ粒子粉末を蒸留水に分散させ、この分散溶液にシランカップリング剤（ $\gamma$ -アミノプロピルトリエトキシシラン）を徐々に添加した。シランカップリング剤を添加後、分散溶液を 50℃ に保ち、完全にシリカ粒子とシランカップリング剤の反応が終了するまでこの状態で数時間保持した。なお、シリカ粒子とシランカップリング剤の反応終了の確認は、FT-IR「MAGNA-IR」（Nicolett 社製）を用いて行った。得られた分散溶液をアトライターに移し替え、有機顔料 A（フタロシアニン系顔料）を添加し、12 時間分散を行い、シランカップリング剤と有機顔料 A との反応を行った。

シリカ粒子粉末	10.0 重量部
蒸留水	84.3 重量部
シランカップリング剤	0.2 重量部
有機顔料 A	5.0 重量部

## 【0175】

得られた着色シリカ粒子粉末の諸特性を表 6 に示す。

## 【0176】

比較例 6（特許第 3105511 号 実施例の追試実験）

マグネティックスターラー及びディーンースタークトラップとを備えた 500 ml の丸底フラスコで 100℃、24 時間乾燥させた 9.6 g の芯粒子 1 のシリカ粒子粉末に、前もって共沸蒸留により窒素下に乾燥させた 300 ml のトルエンと 2.96 g のシランカップリング剤（ $\gamma$ -アミノプロピルトリエトキシシラン）を加えた。得られた懸濁液を 111℃ で 5 時間リフラックスさせ、室温に冷却し、約 10000 rpm で遠心分離し、その後、上澄液を注ぎ出し、沈殿物を 500 ml のジクロロメタンで洗浄した。続いて、沈殿物とジクロロメタンの混合物を遠心分離し、上澄液を除去し、残留物を真空乾燥機中（200 mmHg）40℃ で 2.5 日間乾燥させて 9.6 g（76% 収率）の白色粉末状物質を得た。

【 0 1 7 7 】

次いで、上記で得られカップリング剤を含むシリカ粒子粉末 1. 0 g とブリリアントブルー FCF 1. 0 g との 4 0 m l の水中混合物を、マグネティックスターラーを備えた丸底フラスコ中で室温で 1 8 時間攪拌後、遠心分離した。残留物を水中に分散させ、水中で上澄液が無色になるまで遠心分離した後、残留物を水中に再分散させ、凍結乾燥器で凍結乾燥させて 0. 7 5 g の着色シリカ粒子を得た。得られた着色シリカ粒子粉末の諸特性を表 6 に示す。

【 0 1 7 8 】

実施例 1 1 :

実施例 1 の着色材 2 k g にドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（アニオン性界面活性剤）2 0 g を添加し、ヘンシェルミキサーを用いて 3 0 ℃ で 3 0 分攪拌することによって表面被覆着色材を得た。

【 0 1 7 9 】

このときの製造条件を表 7 に、得られた表面被覆着色材の諸特性を表 8 に示す。

【 0 1 8 0 】

実施例 1 2 ～ 1 4 :

着色材の種類、界面活性剤又は高分子分散剤の種類及び被覆量、エッジランナーによる被覆工程における処理条件を種々変化させた以外は、実施例 9 と同様にして粒子表面が被覆物で被覆されている着色材を得た。

【 0 1 8 1 】

このときの製造条件を表 7 に、得られた表面被覆着色材の諸特性を表 8 に示す。

【 0 1 8 2 】

【表 7】

実施例	着色材 の種類	表面被覆着色材の製造				
		界面活性剤、高分子分散剤による被覆工程				
		添加物		処理 温度 (℃)	処理 時間 (min)	被覆量 (C換算) (重量%)
		種類	添加量 (重量部)			
実施例11	実施例1	トデシルベンゼンスルホン 酸ナトリウム	1.0	30	30	0.60
＃ 12	＃ 2	アクリル酸ナトリウム	2.0	30	30	0.71
＃ 13	＃ 5	ラウリル硫酸エステルナトリウ ム	1.0	25	20	0.48
＃ 14	＃ 6	ノニルフェニルポリエチレング リコールエーテル	5.0	25	30	3.67

【 0 1 8 3 】

【表8】

実施例 及び 比較例	表面被覆着色材の特性										
	平均 粒子径 ( $\mu\text{m}$ )	球形度 (-)	BET比 表面積値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	比重 (-)	色相				隠蔽力 ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )	着色力 (%)	耐光性 $\Delta E^*$ 値 (-)
					L* 値 (-)	a* 値 (-)	b* 値 (-)	C* 値 (-)			
実施例11	0.023	1.02	116.3	1.99	21.2	8.7	-21.4	23.1	530	140	1.1
" 12	0.017	1.28	156.2	2.02	43.0	50.0	19.2	53.6	450	163	1.2
" 13	0.026	1.02	111.3	1.89	20.4	8.9	-22.1	23.8	560	161	0.9
" 14	0.022	1.29	138.2	1.92	41.1	49.5	19.6	53.2	450	180	1.1

【0184】

実施例 1 5 ～ 2 8、比較例 7 ～ 1 6：

着色材の種類を種々変化させた以外は、前記発明の実施の形態と同様にしてインクジェット用インクを得た。

【 0 1 8 5】

このときの製造条件を表 9 に、得られたインクジェット用インクの諸特性を表 1 0 及び表 1 1 に示す。

【 0 1 8 6】

【表 9】

実施例 及び 比較例	インクジェット用インクの製造			
	着色材		コロイダルシリカ	
	種類	配合量 (重量部)	種類	配合量 (重量部)
実施例15	実施例1	5.0	---	---
＃ 16	＃ 2	5.0	---	---
＃ 17	＃ 3	5.0	---	---
＃ 18	＃ 4	5.0	---	---
＃ 19	＃ 5	5.0	---	---
＃ 20	＃ 6	5.0	---	---
＃ 21	＃ 7	5.0	---	---
＃ 22	＃ 8	5.0	---	---
＃ 23	＃ 9	5.0	---	---
＃ 24	＃ 10	5.0	---	---
＃ 25	＃ 11	5.0	---	---
＃ 26	＃ 12	5.0	---	---
＃ 27	＃ 13	5.0	---	---
＃ 28	＃ 14	5.0	---	---
比較例7	有機顔料A	4.5	芯粒子1	10.0
＃ 8	＃ B	4.5	＃ 1	10.0
＃ 9	＃ C	4.5	＃ 5	10.0
＃ 10	＃ D	4.5	＃ 1	10.0
＃ 11	比較例1	5.0	---	---
＃ 12	＃ 2	5.0	---	---
＃ 13	＃ 3	5.0	---	---
＃ 14	＃ 4	5.0	---	---
＃ 15	＃ 5	5.0	---	---
＃ 16	＃ 6	5.0	---	---

【 0 1 8 7 】

【表10】

実施例	インクジェット用インクの特性									
	分散 粒子径 (μm)	分散安定性		色相				耐光性 ΔE*値 (-)	耐目詰 まり性 (-)	
		目視 (-)	分散粒子径 の変化率 (%)	L*値 (-)	a*値 (-)	b*値 (-)	C*値 (-)			
実施例15	0.03	5	6.5	21.4	8.4	-21.1	22.7	1.1	5	
＃16	0.03	5	6.6	43.3	48.6	19.0	52.2	1.4	5	
＃17	0.13	4	8.6	48.5	47.1	18.1	50.5	1.9	4	
＃18	0.08	4	9.5	71.3	-4.6	54.4	54.6	1.5	4	
＃19	0.03	5	5.8	20.8	8.6	-21.6	23.2	0.8	5	
＃20	0.02	5	6.0	41.9	49.0	18.9	52.5	0.9	5	
＃21	0.12	4	8.2	47.1	47.3	17.3	50.4	1.4	4	
＃22	0.09	4	8.7	68.6	-5.3	56.0	56.3	1.5	4	
＃23	0.03	5	6.5	43.0	48.4	19.2	52.1	1.2	5	
＃24	0.03	5	6.8	71.5	-5.7	55.0	55.3	1.8	5	
＃25	0.03	5	4.2	21.4	8.1	-21.0	22.5	1.1	5	
＃26	0.03	5	4.6	44.0	49.2	18.7	52.6	1.2	5	
＃27	0.03	5	4.3	20.6	8.2	-22.1	23.6	0.7	5	
＃28	0.03	5	3.9	40.5	48.9	19.0	52.5	0.9	5	

【0188】

【表11】

比較例	インクジェット用インクの特 性								
	平均 粒子径 (μm)	分散安定性		色 相				耐光性 ΔE* 値 (-)	耐目詰 まり性 (-)
		目視 (-)	分散粒子径 の 変 化 率 (%)	L* 値 (-)	a* 値 (-)	b* 値 (-)	C* 値 (-)		
比較例 7	0.18	1	20.6	18.5	8.6	-23.4	24.9	6.8	2
〃 8	0.63	1	17.4	36.1	49.6	20.0	53.5	6.9	1
〃 9	0.76	1	24.0	39.0	47.3	19.3	51.1	10.5	1
〃 10	0.83	1	18.5	64.9	-5.3	56.2	56.4	10.0	1
〃 11	0.23	1	17.2	23.6	5.2	-15.0	15.9	6.7	2
〃 12	0.21	1	16.9	23.8	4.8	-17.1	17.8	6.5	2
〃 13	0.16	2	14.3	18.4	9.0	-22.6	24.3	6.6	2
〃 14	0.06	2	8.5	50.3	2.6	-5.4	6.0	1.8	2
〃 15	0.15	1	14.3	23.1	5.5	-14.8	15.8	7.2	2
〃 16	0.09	3	8.4	26.6	5.3	-18.8	19.5	19.3	3

【0189】

## 【発明の効果】

本発明に係るインクジェット用インクの着色材は、着色力が高く、鮮明な色相を有すると共に、微粒子でありながら、分散性及び耐光性に優れているので、インクジェット用インクの着色材として好適である。

【 0 1 9 0 】

本発明に係るインクジェット用インクは、優れた分散安定性を有し、且つ、インクジェット記録装置のヘッド部分の目詰まりが抑制されていると共に、該インクジェット用インクを用いて得られた印刷画像は、鮮明な色相を有しており、且つ、耐光性に優れていることから、インクジェット用インクとして好適である。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 発明の実施の形態で用いたシリカ粒子の電子顕微鏡写真である（× 5 0, 0 0 0）。

【図 2】 発明の実施の形態で用いた有機顔料 A の電子顕微鏡写真である（× 5 0, 0 0 0）。

【図 3】 発明の実施の形態で得られた着色材の電子顕微鏡写真である（× 5 0, 0 0 0）。

【図 4】 発明の実施の形態で用いたシリカ粒子と有機顔料 A とを混合した場合の電子顕微鏡写真である（× 5 0, 0 0 0）。

【図 5】 実施例 9 で用いた有機顔料 B の電子顕微鏡写真である（× 5 0, 0 0 0）。

【図 6】 実施例 9 で得られた着色材の電子顕微鏡写真である（× 5 0, 0 0 0）。

【図 7】 発明の実施の形態で用いたシリカ粒子と有機顔料 B とを混合した場合の電子顕微鏡写真である（× 5 0, 0 0 0）。

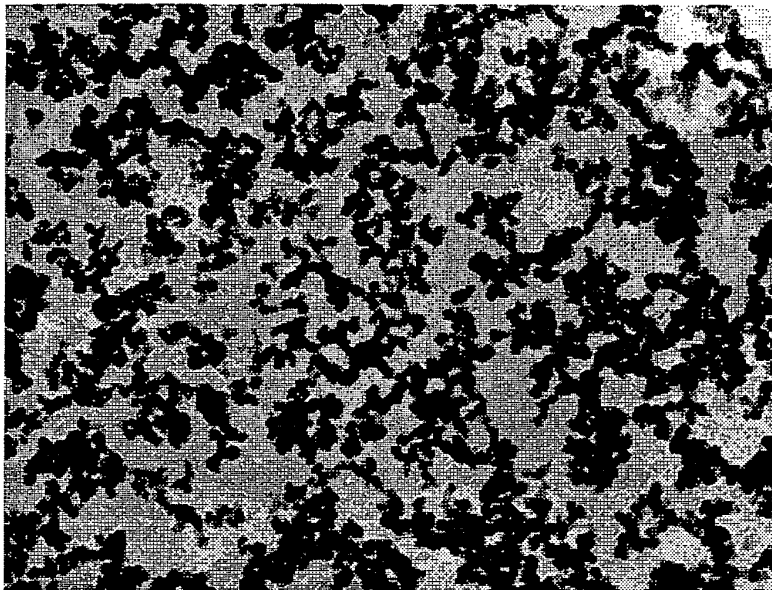
【図 8】 実施例 1 0 で用いた有機顔料 D の電子顕微鏡写真である（× 5 0, 0 0 0）。

【図 9】 実施例 1 0 で得られた着色材の電子顕微鏡写真である（× 5 0, 0 0 0）。

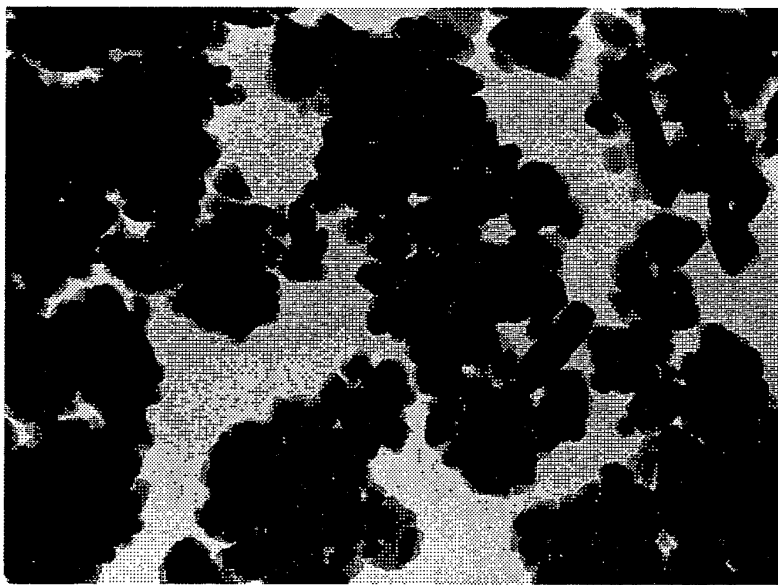
【図 1 0】 発明の実施の形態で用いたシリカ粒子と有機顔料 D とを混合した場合の電子顕微鏡写真である（× 5 0, 0 0 0）。

【書類名】 図面

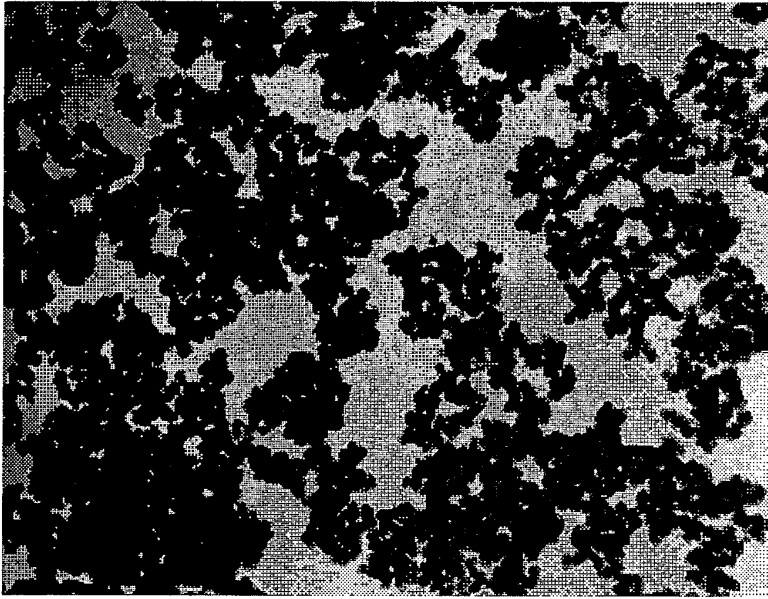
【図 1】



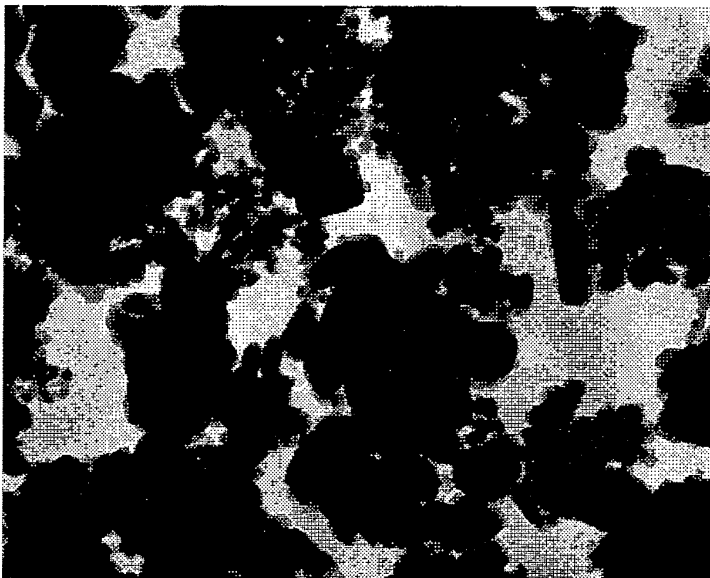
【図 2】



【図3】



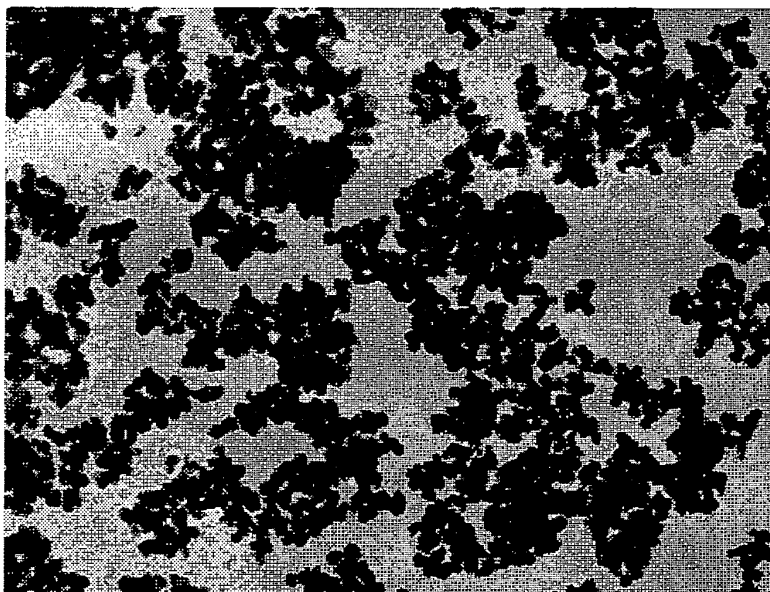
【図4】



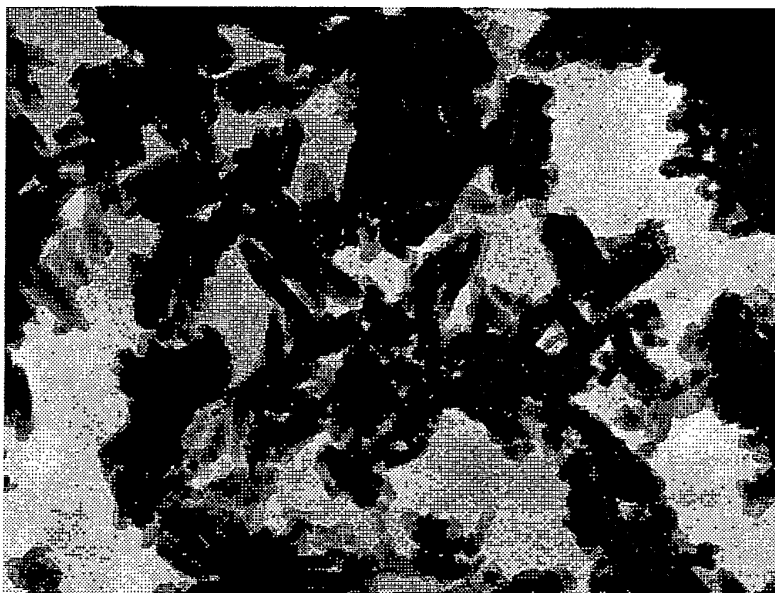
【図5】



【図6】



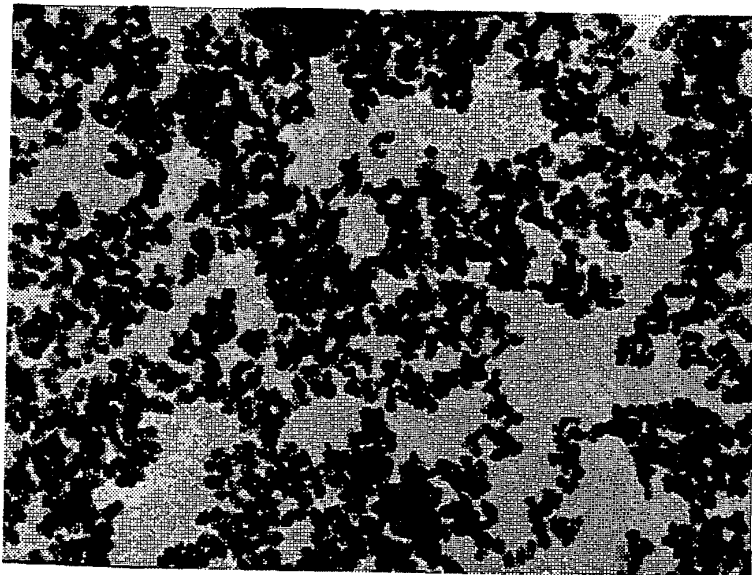
【図7】



【図8】



【図9】



【図10】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明は、着色力が高く、鮮明な色相を有すると共に、微粒子でありながら、分散性及び耐光性に優れたインクジェット用インクの着色材及び分散安定性と耐光性に優れると共に、インクジェット記録装置のヘッド部分への目詰まりを改善したインクジェット用インクを提供する。

【解決手段】 体質顔料の粒子表面が糊剤によって被覆されていると共に該被覆に有機顔料が均一な付着層を形成している平均粒子径  $0.001 \sim 0.15 \mu m$  の複合粒子粉末からなるインクジェット用インクの着色材及び該インクジェット用インクの着色材を含有するインクジェット用インクである。

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2001-170199
受付番号	50100812237
書類名	特許願
担当官	北原 良子 2413
作成日	平成13年 6月11日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成13年 6月 5日
-------	-------------